

ICS 77.120.99
H 63



中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.14—2008
代替 GB/T 6150.16—1985

GB/T 6150.14—2008

钨精矿化学分析方法 锰量的测定 硫酸亚铁铵容量法和火焰 原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates—
Determination of manganese content—
The ammonium ferrous sulfate volumetric method and
flame atomic absorption spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
钨精矿化学分析方法 锰量的测定
硫酸亚铁铵容量法和火焰
原子吸收光谱法
GB/T 6150.14—2008

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

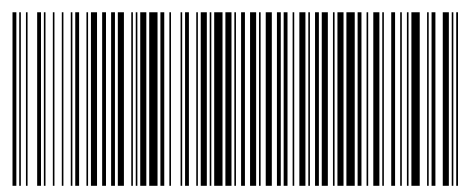
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

书号: 155066·1-31477 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 6150.14—2008

2008-03-31 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 6150《钨精矿化学分析方法》分为 17 部分：

- GB/T 6150.1 钨精矿化学分析方法 三氧化钨量的测定 钨酸铵灼烧重量法
 GB/T 6150.2 钨精矿化学分析方法 锡量的测定 碘酸钾容量法和氢化物原子吸收光谱法
 GB/T 6150.3 钨精矿化学分析方法 磷量的测定 磷钼黄分光光度法
 GB/T 6150.4 钨精矿化学分析方法 硫量的测定 高频红外吸收法
 GB/T 6150.5 钨精矿化学分析方法 钙量的测定 EDTA 容量法和原子吸收光谱法
 GB/T 6150.6 钨精矿化学分析方法 湿存水量的测定 重量法
 GB/T 6150.7 钨精矿化学分析方法 钽铌量的测定 等离子体发射光谱法和分光光度法
 GB/T 6150.8 钨精矿化学分析方法 钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法
 GB/T 6150.9 钨精矿化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
 GB/T 6150.10 钨精矿化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
 GB/T 6150.11 钨精矿化学分析方法 锌量的测定 火焰原子吸收光谱法
 GB/T 6150.12 钨精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法
 GB/T 6150.13 钨精矿化学分析方法 砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法和 DDTC-Ag 分光

光度法

- GB/T 6150.14 钨精矿化学分析方法 锰量的测定 硫酸亚铁铵容量法和火焰原子吸收光谱法
 GB/T 6150.15 钨精矿化学分析方法 铋量的测定 火焰原子吸收光谱法
 GB/T 6150.16 钨精矿化学分析方法 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
 GB/T 6150.17 钨精矿化学分析方法 铈量的测定 氢化物原子吸收光谱法

本部分为 GB/T 6150 的第 14 部分。

本部分代替 GB/T 6150.16—1985《钨精矿化学分析方法 原子吸收光度法测定锰量》。

本部分与 GB/T 6150.16—1985 相比主要变化如下：

- 测定方法增加了硫酸亚铁铵容量法测定锰量；
- 增加了重复性条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由赣州有色冶金研究所、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由赣州有色冶金研究所起草。

本部分由江西下垄钨业有限公司参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：赖剑，朱兰。

本部分方法 2 主要起草人：刘达炯、赵红。

本部分方法 1 主要验证人：许景光。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6150.16—1985。

用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.7。

13 试样

13.1 试样粒度小于 0.074 mm。

13.2 试样预先在 105℃~110℃烘 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

14 分析步骤

14.1 试料

按表 3 称取试样(精确到 0.000 1 g)。

表 3

锰的质量分数/%	试料/g
≤0.1	0.50
>0.1	0.20

14.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

14.3 空白试验

随同试料做空白试验。

14.4 测定

14.4.1 将试料(14.1)置于 250 mL 的烧杯中,用水润湿,加入 30 mL 盐酸(11.1),置于沸水浴中加热溶解 40 min,取下稍冷。加入 10 mL 硝酸(11.3),置于砂浴上加热至体积约 4 mL,取下冷却。用水吹洗表面皿和杯壁,煮沸使可溶性盐类溶解,加入 2 mL 氯化锶溶液(11.4),冷却后,移入 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

14.4.2 将澄清或干过滤的试液,在原子吸收光谱仪上,于波长 279.5 nm,用空气-乙炔火焰,以水调零,测定试液及随同试料空白的吸光度。在工作曲线上查出相应的锰的浓度。

14.5 工作曲线的绘制

14.5.1 分别移取 0 mL、4.00 mL、8.00 mL、12.00 mL、16.00 mL、20.00 mL 锰标准溶液(11.6),置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 8.0 mL 盐酸(11.1)、2.0 mL 氯化锶溶液(11.4),用水定容,混匀。

14.5.2 将标准溶液(14.5.1)在原子吸收光谱仪上,于波长 279.5 nm,用空气-乙炔火焰,以水调零,测定锰的吸光度。以锰浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

15 分析结果的计算

按公式(4)计算锰的质量分数,数值以%表示:

$$w(\text{Mn}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_3}{m_0 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

ρ_1 ——从工作曲线上查的试液中锰的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_0 ——从工作曲线上查的空白溶液中锰的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_3 ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试样量,单位为克(g)。

钨精矿化学分析方法 锰量的测定 硫酸亚铁铵容量法和火焰 原子吸收光谱法

方法 1:硫酸亚铁铵容量法

1 范围

本方法规定了钨精矿中锰含量的测定方法。

本方法适用于钨精矿中锰含量的测定。测定范围:大于 2%~20%。

2 方法提要

试料经磷酸分解,加入磷酸氢二钠缓冲溶液,在硝酸银存在下,用过硫酸铵将低价锰氧化为高价锰,加热煮沸破坏过剩的过硫酸铵,用硫酸亚铁铵标准溶液滴定。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂,所用水均为蒸馏水。

3.1 硫磷混酸溶液:配制方法:将 5%(体积分数)的硫酸溶液和 5%(体积分数)的磷酸溶液按 1:1 的比例混匀。

3.2 磷酸(ρ_1 : 69 g/mL)。

3.3 磷酸氢二钠溶液(100 g/L)。

3.4 过硫酸铵溶液(200 g/L),用时现配。

3.5 硝酸银溶液(20 g/L),贮于棕色瓶中。

3.6 二苯胺磺酸钠指示剂溶液(5 g/L)。

3.7 硫酸溶液(1+9)。

3.8 重铬酸钾标准溶液(0.01 mol/L):称取 2.941 7 g 经 150℃烘 1 h 干燥的基准重铬酸钾,溶于水中,移至 1 000 mL 容量瓶中,定容,混匀。

3.9 硫酸亚铁铵标准溶液(0.1 mol/L):称取硫酸亚铁铵 39 g,溶于硫酸溶液(3.7)中,并用硫酸溶液(3.7)稀释至 1 000 mL,混匀,贮于棕色瓶中,用时标定。

硫酸亚铁铵标准溶液的标定:

准确移取 20.00 mL 硫酸亚铁铵标准溶液(3.9)于 300 mL 三角锥瓶中,加入 100 mL 硫磷混酸溶液(3.1),加 2~3 滴二苯胺磺酸钠指示剂溶液(3.6),用重铬酸钾标准溶液(3.8)滴定至稳定的蓝色为终点,记下体积数 V_1 。

按公式(1)计算硫酸亚铁铵溶液的浓度,单位为摩尔每升。

$$c_2 = \frac{c_1 \times V_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_2 ——硫酸亚铁铵的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_1 ——重铬酸钾标准溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——消耗重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);